

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-329021

(43)Date of publication of application : 27.11.2001

(51)Int.Cl. C08F 8/32
C08F 2/00
C08F 6/10
C08F212/06
C08F222/08

(21)Application number : 2000-
150822

(71)Applicant : DENKI KAGAKU
KOGYO KK

(22)Date of filing :

23.05.2000

(72)Inventor :

KUROKAWA KINYA
KONISHI KUNHIKO
ENDO MASAMICHI

(54) CONTINUOUS PRODUCTION METHOD FOR IMIDE GROUP CONTAINING COPOLYMER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for continuously producing, in a high yield, an imide group containing copolymer which is excellent in thermal stability and color tone, and has a low total volatile content.

SOLUTION: This method comprises the first step of continuous multi-step polymerization, the second step of continuous multi-step imide ring formation, and the third step of continuous evaporation of solvents.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-329021
(P2001-329021A)

(43) 公開日 平成13年11月27日 (2001. 11. 27)

| | | | |
|------------------------------|-----------------------------|---------|--|
| (51)Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テ-マ-ト*(参考) |
| C 0 8 F | 8/32 | C 0 8 F | 4 J 0 1 1 |
| | 2/00 | | A 4 J 1 0 0 |
| | 6/10 | | |
| | 212/06 | | |
| | 222/08 | | |
| 審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 6 頁) | | | |
| (21)出願番号 | 特願2000-150822(P2000-150822) | (71)出願人 | 000003296 電気化学工業株式会社 東京都千代田区有楽町 1 丁目 4 番 1 号 |
| (22)出願日 | 平成12年 5 月23日 (2000. 5. 23) | (72)発明者 | 黒川 欽也 千葉県市原市五井南海岸 6 電気化学工業 株式会社千葉工場内 |
| | | (72)発明者 | 小西 邦彦 千葉県市原市五井南海岸 6 電気化学工業 株式会社千葉工場内 |
| | | (72)発明者 | 遠藤 正道 千葉県市原市五井南海岸 6 電気化学工業 株式会社千葉工場内 |
| 最終頁に続く | | | |

(54) 【発明の名称】 イミド化共重合体の連続的製造方法

(57) 【要約】

【課題】 熱安定性、色調が優れ、かつ総揮発分の少ないイミド化共重合体を高転化率で連続的に製造する方法を提供すること。

【解決手段】 第一工程が連続多段重合、第二工程が連続多段イミド化反応、第三工程が連続脱揮工程よりなる連続的イミド化共重合体の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の第一工程、第二工程および第三工程を連続的に実施することにより、得られたイミド化共重合体の4wt%テトラヒドロフラン溶液のYI（イエローインデックス）が2.0以下、重量平均分子量と数平均分子量の比（ M_w/M_n ）が2.0～3.0で、かつ総揮発分が1,000ppm以下であることを特徴とするイミド化共重合体の連続的製造方法。

第一工程：芳香族ビニル単量体45～80重量%、不飽和ジカルボン酸無水物単量体20～50重量%、及びこれら単量体と共重合可能なビニル単量体0～30重量%を脂肪族ケトン溶剤中、60～200℃の温度で多段連続重合させて、芳香族ビニル単量体および不飽和ジカルボン酸無水物単量体の重合率をそれぞれ95重量%以上に重合させる工程。

第二工程：第一工程で得られた重合液に、アンモニアおよび／又は第1級アミンを連続的に添加して、その共重合体中の不飽和ジカルボン酸無水物単量体残基の70モル%以上を反応温度120～250℃で多段連続イミド化反応させて、添加したアンモニアおよび／又は第1級

第三工程：第二工程で得られた反応液を180～330℃、減圧下で連続的に脱揮することにより揮発分を除去する工程。

【請求項2】 芳香族ビニル単量体がスチレン、不飽和ジカルボン酸無水物単量体が無水マレイン酸、アンモニアおよび／又は第1級アミンがアニリンであることを特徴とする請求項1記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、イミド化共重合体の製造方法に関するものである。更に詳しくいえば、溶液多段連続重合工程、多段連続イミド化反応工程、およびそれに引き続く連続脱揮工程よりなり、安定に熱安定性および色調の改良されたイミド化共重合体を高転化率で得る方法に関する。本発明のイミド化共重合体は、高い耐熱性を有するために、弱電・OA部品や自動車部品として重要であり、又当該イミド化共重合体は、種々の他の樹脂とのブレンドにおいて良好な相溶性を有するため、その用途はますます広がりつつある。

【0002】

【従来の技術】 スチレンと無水マレイン酸のラジカル共重合反応において、スチレンと無水マレイン酸は交互に配位するため、交互共重合体を生成し易い（J. Am. Chem. Soc., 67, 2044 (1945)）。そのため求める組成比の共重合体を均一な組成で得るために、重合系におけるモノマー濃度比が、最終的に得られる重合体組成に対して実質的に一定になるように、重合転化率に応じてスチレンと無水マレイン酸の割合を変化させて連続的に添加しながら連続重合する方法が知られている（特開昭58-115

14）。しかしながら、この方法では共重合体組成を均一に保持しながら重合転化率を90%以上にするには、重合時間が長時間かかる等、種々問題があった。

【0003】 又、芳香族ビニル化合物、無水マレイン酸を含む共重合体を加熱溶解し、アミン類を連続的に反応させた後、揮発分を除去する連続イミド化方法も知られている（特開昭58-180506, 特開平2-4806, 特開平6-56921, 特開平9-10032

2）。しかしながら、これらの方法においては原料の芳香族ビニル化合物、無水マレイン酸を含む共重合体の組成が不均一のため得られるイミド化共重合体の熱安定性が十分でないとか、イミド化反応の反応率が低い等による残存アミン類に起因する色調劣化の問題があった。更に押出機中で溶解混練してイミド化する方法では、添加するアミン類の量が無水マレイン酸残基含量の2～3倍量であることから、未反応アミンが多量に残り、未反応物を分離再生する複雑な工程を必須とする等問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記の欠点を有しない方法を提供することを目的とするものである。すなわち、熱安定性および色調の良好なイミド化共重合体を高転化率で製造し得る方法に関する。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは鋭意研究の結果、色調が良好で、熱安定性が一段と高い高品質のイミド化共重合体を、工業的に有利に得る方法を見出した。即ち、本発明は、下記の第一工程、第二工程および第三工程を連続的に実施することにより、得られたイミド化共重合体の4wt%テトラヒドロフラン溶液のYI（イエローインデックス）が2.0以下、重量平均分子量と数平均分子量の比 M_w/M_n が2.0～3.0で、かつ総揮発分が1,000ppm以下であることを特徴とするイミド化共重合体の連続的製造方法に存する。

第一工程：芳香族ビニル単量体45～80重量%、不飽和ジカルボン酸無水物単量体20～50重量%、及びこれら単量体と共重合可能なビニル単量体0～30重量%を脂肪族ケトン溶剤中、60～200℃の温度で多段連続重合させて、芳香族ビニル単量体および不飽和ジカルボン酸無水物単量体の重合率をそれぞれ95重量%以上に重合させる工程。

第二工程：第一工程で得られた重合液に、アンモニアおよび／又は第1級アミンを連続的に添加して、その共重合体中の不飽和ジカルボン酸無水物単量体残基の70モル%以上を反応温度120～250℃で多段連続イミド化反応させて、添加したアンモニアおよび／又は第1級アミンの反応率を95モル%以上に反応させる工程。

第三工程：第二工程で得られた反応液を180～330℃、減圧下で連続的に脱揮することにより揮発分を除去

する工程。

【0006】本発明における第一工程は、芳香族ビニル単量体、不飽和ジカルボン酸無水物単量体、及びこれら単量体と共重合可能なビニル単量体を脂肪族ケトン溶剤中で多段連続重合させる工程である。本発明でいう多段重合は、少なくとも5段以上の重合が好ましく、それらは仕切で適度に隔離され、かつ完全混合されうる重合空間を多段持った装置により重合される。それぞれの重合空間には、芳香族ビニル単量体をはじめとした単量体の重合による消費量に応じ、不飽和ジカルボン酸無水物が添加される。この場合、不飽和ジカルボン酸無水物は重合溶剤と同じ脂肪族ケトン溶剤による溶液が好都合である。不飽和ジカルボン酸無水物の添加量比は、得られる共重合体の組成を均一にするための公知の量比による。即ち、重合系におけるモノマー濃度比が、最終的に得られる重合体組成に対して実質的に一定になるように、重合転化率に応じて不飽和ジカルボン酸無水物の割合を変化させて添加する方法である。

【0007】多段重合装置としては、通常の重合缶の内部を仕切板で仕切ったもの、カスケード方式で重合缶を直列に並べたもの、および塔式の仕切を持った重合塔がある。これらはそれぞれの重合空間で攪拌混合されることが好ましい。またこれら重合装置の最後に重合をより完結するため、例えば塔式のポストリアクターを使用してもよい。

【0008】前記多段重合により芳香族ビニル不飽和ジカルボン酸無水物共重合可能なビニルからなる共重合体は均一な組成のものが得られ、かつそれぞれの単量体は、高い重合率が達成される。共重合体の組成が均一でないと、特に得られた共重合体において不飽和ジカルボン酸無水物の共重合比率の組成分布が大きいと、最終のイミド化共重合体の熱安定性が十分でなくなる。また重合率が95重量%未満の場合は、更にいえば不飽和ジカルボン酸無水物の重合率が95重量%未満の場合は、この未重合単量体が次の第二工程において、イミド化単量体を形成し、最終のイミド化共重合体の色調を著しく劣化させる。

【0009】第一工程で用いられる芳香族ビニル単量体としては、スチレン、 α -メチルスチレン、ビニルトルエン、エチルスチレン、ターシャリーブチルスチレン、クロロスチレン、ジクロロスチレン等があるが、スチレンが最も好ましい。芳香族ビニル単量体の量は、45～80重量%であり、好ましくは50～75重量%である。芳香族ビニル単量体の量が45重量%未満の場合は、最終のイミド化共重合体の機械特性、寸法安定性および色調が不良となる。また芳香族ビニル単量体の量が80重量%を超えると耐熱性が十分でなくなる。

【0010】不飽和ジカルボン酸無水物単量体としては、マレイン酸無水物およびアルキル置換マレイン無水物があるが、マレイン酸無水物が特に好ましい。不飽和

ジカルボン酸無水物単量体の量は、20～50重量%であり、好ましくは25～50%である。不飽和ジカルボン酸無水物単量体の量が20重量%未満の場合は、最終のイミド化共重合体の耐熱性が十分ではなく、50重量%を超えると色調および熱安定性に問題を生じる。

【0011】これら単量体と共重合可能なビニル単量体としてアクリロニトリル、メタクリロニトリル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、*n*-ブチルアクリレートがあり、それらの量は0～30重量%である。イミド化共重合体は耐熱性が高く有用ではあるが、場合によっては機械的強度および耐薬品性で不満足な場合がある。これらを改良するために、共重合可能なビニル単量体として前記単量体を用いた多元共重合体は有益である。しかし共重合可能なビニル単量体の量が30重量%を超えると耐熱性が十分でなくなる。

【0012】第一工程における重合温度は、60～200℃であり、好ましくは80～150℃である。60℃未満では十分な重合速度が得られず、経済的に好ましくない。重合温度が200℃を越えると十分な分子量が得られない。ここで用いられる脂肪族ケトン溶剤としてアセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンがあるが、揮発性等の取り扱い易さから、メチルイソブチルケトンが好ましく用いられる。

【0013】第一工程における重合において、用いられるラジカル開始剤については特に制限はなく、従来のスチレン系樹脂の製造において常用されているもの、例えば10時間半減期が70～120℃である有機過酸化物やアゾ系化合物が好適に用いられる。例えば、*t*-ブチルパーオキシイソプロピルカーボネート、1,1-ビス(*t*-ブチルパーオキシ)-3,3,5-トリメチルシクロヘキサン、アゾイソブチロニトリル、アゾビスジメチルバレロニトリルなどが好ましい。これら開始剤は、当業者に周知の量比で、すなわち単量体の合計量に対して0.001～1.0重量%の割合で使用される。さらに重合の際には、必要に応じて公知の分子量調節剤、可塑剤、熱安定剤、酸化防止剤などを添加してもよい。

【0014】本発明における第二工程は、第一工程で得られた重合液に、アンモニアおよび／又は第1級アミンを連続的に添加した後、多段反応装置に導入し、その共重合体中の不飽和ジカルボン酸無水物単量体残基の70モル%以上を多段連続イミド化反応させて、添加したアンモニアおよび／又は第1級アミンの反応率を95モル%以上に反応させる工程である。本発明でいう多段連続イミド化反応とは、少なくとも3段以上の反応が好ましく、それらは仕切で適度に隔離され、かつ完全混合されうる反応空間を多段に持った装置により反応される。共重合体を均一にイミド化し、かつアンモニアおよび／又は第1級アミンの反応率を高めるためには、それぞれの反応空間の間を反応液が実質的に逆流しないことが重要

である。

【0015】前記反応で共重合体中の不飽和ジカルボン酸無水物単量体残基のイミド化が70モル%未満であると、最終のイミド化共重合体の耐熱性および熱安定性が不十分となる。また共重合体が均一にイミド化されていることも肝要で、イミド化率の低いイミド化共重合体が混入すると、熱安定性および色調が低下する。更にアンモニアおよび／又は第1級アミンの反応率が95モル%未満の場合は、次の第三工程において未反応アンモニアおよび／又は第1級アミンからの副生成物が生じ、最終のイミド化共重合体の色調劣化の原因となる。

【0016】多段連続イミド化反応装置としては、通常反応釜の内部を仕切板で仕切ったもの、カスケード方式で反応釜を直列に並べたもの、および塔式の仕切を持った反応塔がある。これらはそれぞれの反応空間で攪拌混合されることが好ましい。またこれら反応装置の最後に反応をより完結するため、例えば塔式のポストリアクターを使用してもよい。

【0017】第二工程での反応温度は120～250℃であり、好ましくは170～230℃である。120℃未満の場合は反応速度が遅く、経済的に好ましくない。230℃を越えると、アンモニアおよび／又は第1級アミンの分解および副反応が始まり好ましくない。

【0018】用いるアンモニアおよび／又は第1級アミン量は、第一工程で用いた不飽和ジカルボン酸無水物単量体の等量以下が好ましく、過剰の使用量は最終のイミド化共重合体の色調劣化の原因となる。アンモニアおよび／又は第1級アミンとしては、アンモニアの他に、例えば脂肪族アミンとしてメチルアミン、エチルアミン、*n*-プロピルアミン、イソプロピルアミン、ブチルアミン、シクロヘキシルアミン、ステアリルアミン、ベンジルアミン、芳香族アミンとしては、アニリン、オルトトルイジン、2, 4, 6-トリクロロアニリン、 α -ナフチルアミン、 β -ナフチルアミン、メトキシアニリン、エトキシアニリンなどがあり、特にアニリンが好ましい。

【0019】第二工程でのイミド化反応において、触媒を用いても用いなくても良い。反応速度や反応率を更に上げたい場合は、触媒を用いるのが好ましい。触媒としては、第3級アミンがあり、例えばトリメチルアミン、トリエチルアミンなどがある。用いる場合の量はアンモニアおよび／又は第1級アミンに対し0.01～2.0重量%である。

【0020】本発明における第三工程は、第二工程で得られた反応液を180～330℃、減圧下で連続的に脱揮することにより揮発分を除去する工程である。処理温度が180℃未満であると、脱揮に長時間を要したり、取り扱い物が高粘度になり不都合である。330℃を越えると、処理物の分解等が始まり好ましくない。第三工程で使用する脱揮装置としては、当業界で公知の2軸押

出機やストランド脱揮装置等がある。

【0021】前記第一工程、第二工程および第三工程を連続的に実施することにより得られたイミド化共重合体は、熱安定性、色調に優れ、かつ重量平均分子量と数平均分子量の比(M_w/M_n)が2.0～3.0で、総揮発分が1,000ppm以下のものである。本発明による連続的製造方法は、重合およびイミド化反応において高転化率であるため、残単量体および副反応生成物が少なく、総揮発分も必然的に少なくなる。

【0022】本発明によって得られるイミド化共重合体は、単独で用いても良いが、ABS樹脂、AAS樹脂、AES樹脂、MBS樹脂等とブレンドして成形性、耐衝撃性等を更に改良して使用することができる。またポリカーボネート、ナイロンなどのエンジニアリングプラスチックとも相溶性よく、好ましく使用することができる。

【0023】前記のようにして得られた共重合体またはそのブレンド物には、公知の酸化防止剤、可塑剤、滑剤、紫外線吸収剤、難燃剤、帯電防止剤、各種充填剤を必要に応じて添加することができる。

【発明の実施の形態】

【0024】

【実施例】以下、実施例によって本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【0025】尚、イミド化前の重合液の重合率、及びイミド化後のYI(イエローインデックス)、分子量、分子量分布、総揮発分、最終組成比の測定方法は次の通りである。

(1) 重合液の重合率：第一工程終了後の重合液をサンプリングし、その重合液をガスクロマトグラフィーにより未反応の単量体の定量を行い、重合率を算出した。

(2) YI(イエローインデックス)：第三工程終了後のイミド化共重合体の4wt/THF(テトラヒドロフラン)vol%溶液を用いて色差計により求めた。

(3) 分子量及び分子量分布：第三工程終了後のイミド化共重合体をGPC(ゲル浸透クロマトグラフィー)法にてポリスチレン換算の値で求めた。

(4) 総揮発分：第三工程終了後のイミド化共重合体の少量をサンプリングし、真空下、220℃、1時間処理し、その減量値より算出した。

(5) 最終組成比： ^{13}C -NMR(核磁気共鳴)法により無水マレイン酸基のNPMI(N-フェニルマレイミド)基への転化率を求め、(1)の結果及びこの転化率より最終組成比を算出した。

【0026】

【実施例1】スチレン0.37kg/hr.及び無水マレイン酸溶液(無水マレイン酸/メチルイソブチルケトン/ベンゾイルパーオキサイド=14/86/0.15(重量比))0.86kg/hr.を、容積が5Lの第

1 重合缶に導入して85℃で重合し、容積が16Lの3
 段式第2重合缶の下部へ導き、無水マレイン酸溶液（無
 水マレイン酸／メチルイソブチルケトン／ベンゾイルパ
 ーオキサイド＝14／86／0.15（重量比））0.
 10kg/hr.、0.10kg/hr.、0.09k
 g/hr. を下段、中段、上段へそれぞれ追添混合して
 85℃で重合を進め、更に3Lのパイプリアクターによ
 り85℃で重合した。得られた重合液1.52kg/h
 r. にアニリン／トリエチルアミン＝97／3（重量
 比）混合物0.145kg/hr. を連続的に添加した
 後、その混合物を容積16Lの3段式イミド化反応器の
 下部に導入し、140℃でイミド化を行った。得られた
 イミド化溶液をベント付き押出機へ導入し、310℃、
 30torrでポリマーと未反応単量体及び溶剤を分離
 した。イミド化前の重合液の重合率、得られたイミド化
 共重合体のYI（イエローインデックス）、分子量、総
 揮発分、最終組成比をそれぞれ測定した。

【0027】

【実施例2】スチレン0.33kg/hr. 及び無水マ
 レイン酸溶液（無水マレイン酸／メチルイソブチルケト
 ン／ベンゾイルパーオキサイド＝16／84／0.17
 （重量比））0.94kg/hr. を、容積が5Lの第
 1重合缶に導入して85℃で重合し、容積が16Lの3
 段式第2重合缶の下部へ導き、無水マレイン酸溶液（無
 水マレイン酸／メチルイソブチルケトン／ベンゾイルパ
 ーオキサイド＝16／84／0.17（重量比））0.
 11kg/hr.、0.10kg/hr.、0.10k
 g/hr. を下段、中段、上段へそれぞれ追添混合して
 85℃で重合を進め、更に3Lのパイプリアクターによ
 り85℃で重合した。得られた重合液1.58kg/h
 r. にアニリン／トリエチルアミン＝97／3（重量
 比）混合物0.186kg/hr. を連続的に添加した
 後、その混合物を容積16Lの3段式イミド化反応器に
 導入し、140℃でイミド化を行った。得られたイミド
 化溶液をベント付き押出機へ導入し、310℃、30t
 orrでポリマーと未反応単量体及び溶剤を分離した。
 イミド化前の重合液の重合率、得られたイミド化共重合
 体のYI（イエローインデックス）、分子量、総揮発
 分、最終組成比をそれぞれ測定した。

【0028】

【実施例3】スチレン0.30kg/hr.、メタクリ
 ル酸メチル0.02kg/hr. 及び無水マレイン酸溶
 液（無水マレイン酸／メチルイソブチルケトン／ベンゾ
 イルパーオキサイド＝17／83／0.18（重量
 比））0.88kg/hr. を、容積が5Lの第1重合
 缶に導入して85℃で重合し、容積が16Lの3段式第
 2重合缶の下部へ導き、無水マレイン酸溶液（無水マレ
 イン酸／メチルイソブチルケトン／ベンゾイルパーオキ

サイド＝17／83／0.18（重量比））0.12k
 g/hr.、0.12kg/hr.、0.11kg/h
 r. を下段、中段、上段へそれぞれ追添混合して85℃
 で重合を進め、更に3Lのパイプリアクターにより85
 ℃で重合した。得られた重合液1.55kg/hr. に
 アニリン／トリエチルアミン＝97／3（重量比）混合
 物0.196kg/hr. を連続的に添加した後、その
 混合物を容積16Lの3段式イミド化反応器に導入し、
 140℃でイミド化を行った。得られたイミド化溶液を
 ベント付き押出機へ導入し、310℃、30torrで
 ポリマーと未反応単量体及び溶剤を分離した。イミド化
 前の重合液の重合率、得られたイミド化共重合体のYI
 （イエローインデックス）、分子量、総揮発分、最終組
 成比をそれぞれ測定した。

【0029】

【比較例1】スチレン0.37kg/hr. 及び無水マ
 レイン酸溶液（無水マレイン酸／メチルイソブチルケト
 ン／ベンゾイルパーオキサイド＝14／86／0.15
 （重量比））1.15kg/hr. を、容積が20Lの
 内部に仕切を持たない重合缶に導入して85℃で重合し
 た。得られた重合液1.52kg/hr. 及びアニリン
 0.14kg/hr.、トリエチルアミン0.005k
 g/hr. を、容積15Lの内部に仕切を持たないイミ
 ド化反応器に導入して140℃でイミド化を行った。得
 られたイミド化溶液をベント付き押出機へ導入し、31
 0℃、30torrでポリマーと未反応単量体及び溶剤
 を分離した。イミド化前の重合液の重合率、得られたイ
 ミド化共重合体のYI（イエローインデックス）、分子
 量、総揮発分、最終組成比をそれぞれ測定した。

【0030】

【比較例2】重合缶にスチレン溶液（スチレン／メチル
 イソブチルケトン＝40／60（重量比））60.7kg
 を仕込み85℃に加熱した後、無水マレイン酸溶液（無
 水マレイン酸／メチルイソブチルケトン／ベンゾイルパ
 ーオキサイド＝27／73／0.29（重量比））3
 9.3kgを10時間かけて添加し、回分重合した。得
 られた重合液90.9重量部当たり、アニリン9.1重
 量部、トリエチルアミン0.3重量部をイミド化反応器
 に仕込み、140℃、7時間で回分イミド化反応を行っ
 た。得られたイミド化溶液をベント付き押出機へ導入
 し、310℃、30torrでポリマーと未反応単量体
 及び溶剤を分離した。イミド化前の重合液の重合率、得
 られたイミド化共重合体のYI（イエローインデック
 ス）、分子量、総揮発分、最終組成比をそれぞれ測定し
 た。

【0031】それぞれの測定結果を表1に示す。

【表1】

| | | 実施例 1 | 実施例 2 | 実施例 3 | 比較例 1 | 比較例 2 |
|----------------------|-----------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 重合液の 重合率 (重量%) | ST | 97.6 | 98.0 | 98.2 | 44.5 | 95.8 |
| | MAH | 97.9 | 97.8 | 97.5 | 52.4 | 96.1 |
| | MMA | | | 97.9 | | |
| YI(イエローインデックス) | | 1.85 | 1.92 | 1.90 | 2.22 | 2.27 |
| 分子量 | Mw | 146,000 | 151,000 | 153,000 | 143,000 | 152,000 |
| | Mn | 64,000 | 66,000 | 68,000 | 63,000 | 73,000 |
| | Mw/ Mn | 2.28 | 2.29 | 2.25 | 2.27 | 2.15 |
| 総揮発分(ppm) | | 260 | 280 | 290 | 1380 | 570 |
| 最終組成比 (重量%) | ST | 56.7 | 48.5 | 43.9 | 54.1 | 57.5 |
| | NPMI | 42.8 | 50.9 | 52.5 | 42.6 | 40.0 |
| | MAH | 0.5 | 0.6 | 0.6 | 3.3 | 2.5 |
| | MMA | | | 3.0 | | |

ST:スチレン, MAH:無水マレイン酸, MMA:メタクリル酸メチル, NPMI:N-フェニルイミド

【0032】実施例及び比較例より、当該イミド化共重合体を製造するにあたり、重合及びイミド化を多段でなく一段で行うと、重合率及びイミド化率が低くなり、YI(イエローインデックス)及び総揮発分が高く熱安定性が悪くなる。また、連続的ではなく、回分的に製造を行
30 行くと、目的物を得るのに長時間かかるとともに、YI*

＊(イエローインデックス)が高く色調が悪くなる。

【0033】

【発明の効果】本発明は、熱安定性、色調に優れ、かつ総揮発分の少ないイミド化共重合体を高転化率で連続的に製造する方法に関するものであり、極めて有用である。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J011 BA01 BB03 HA03 HB02
4J100 AB02P AB03P AB04P AB08P
AK32Q AL03R AM02R BA32H
CA04 CA05 DA01 FA19 FA28
FA34 GB01 HA45 HA61 JA28
JA43